凍結乾燥機利用ノート

長谷川成明

平成 15 年 9 月 8 日

Version 1.0

1　各部

ここで使っている名称は一般的な名称とは違うかもしれません。本文中ではこの名称で統一します (図 1)。

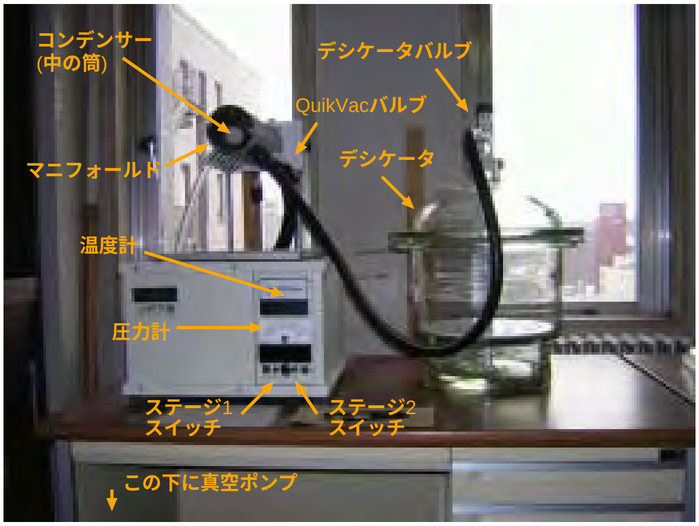


図 1: 全体図

2　乾燥開始

2.1　蓋を開ける

サンプルをデシケータに入れます。デシケータの蓋を開けます。厚いガラスですので重いです。蓋の、本体と接している部分はグリスが塗ってありま

す。ですので、そのまま置くとグリスがべったり机に着きます。かといって、ひっくり返して置くと、ガラス管が割れそうです (図 2)。

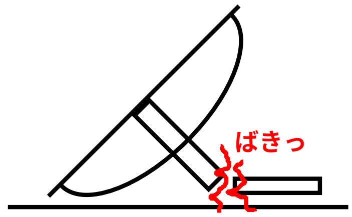


図 2: こうならないように…

バットにキムタオルをあてたものを下に用意するなどします (図 3)。



図 3: 蓋を置きます

2.2 蓋を閉める

サンプルを入れたら蓋を閉めます。蓋を本体の上にそっと置いたら、「の」の字を書くように本体と蓋をすりあわせます。こうすることでグリスが本体と蓋になじんで、気密が保たれます。すりあわせができていれば、下の写真のようにふちの部分の外側は、磨りガラスの白い色が見えない状態になります (図 4)。

2.3 確認

電源を入れる前に、マニフォールドをのぞき込んで確認します (図 5)。連続して使う場合、マニフォールドの中に氷がたまっていたり、コンデンサに

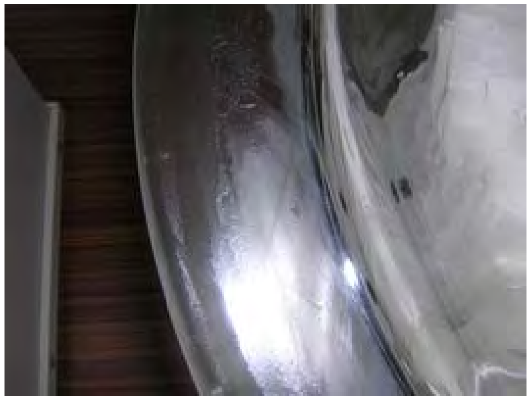


図 4: デシケータ縁部拡大

霜がびっしりついていることがあります。このときは、マニフォールド前面



図 5: 中をのぞき込みます ちょっと霜がついてる

のアクリルふたを取って、乾燥するのを待ちます。アクリルふたは、単にはめてあるだけなのでぱかっと取れます。

また、デシケータバルブが、開いているかどうか確認します (図 6)。

2.4 ステージ 1

いよいよスタート。ステージ 1 スイッチを入れます。コンデンサーが冷えていっているはずです。温度計の目盛りが下がっていくのを見て待ちます。-40℃以下になることを確認します。この間、1 分もかからないはずです。



図 6: デシケータバルブ。下側の O リングが壁に密着していないように、ゆるめます。横の目盛りで見て、2〜3mm で十分だと思います。

2.5　ステージ 2

つぎにステージ 2 です。机の下にある、真空ポンプの電源を ON にします (図 7)。いきなりうるさい音を立てますが 15 秒ほどすると落ち着くはずです。

温度が-40 ℃以下になってからステージ 2 のスイッチを入れます。圧力計の目盛りが徐々に下がってきます。圧が下がって来たか確認するために、マニフォールド前面のアクリルふたを引っ張ってみます。とれないはずです。またデシケータの蓋を、ずらそうとしてみて下さい。これも動かないはずです。

しばらく圧が下がるのを待ちます。15 分しないうちに、0.1mBar(温度計の下側の方の目盛りで読む) を下まわるはずです。

2.6　準備完了

これで凍結乾燥の準備は完了です。あとは乾燥が終わるまで一日か二日、放っておきます。サンプルに、氷のきらきらしたカケラが見えなければ、多分終わりです。



図 7: 真空ポンプ

3　うまくいかない

3.1　ステージ 1 で温度が下がらない

故障です。どうしようもないのでメーカに問い合わせましょう。

3.2　ステージ 2 で圧が下がらない

真空ポンプの不調か、どこかで空気が漏れて入って来ているかです。

真空ポンプは、手前側にオイルを覗く窓があります (図 8)。1. 窓の中心程度までオイルがあるか、2. オイルは真っ黒になっていないか確認します。そうなっていたらオイルを足したり、交換したりします。詳しくは真空ポンプの取扱説明書に載ってます。

空気漏れはマニフォールドかデシケータのどちらかです。原因を確かめるために、デシケータバルブを閉じます (上の黒い握りを時計回しに回すと閉まります。閉めすぎると割れますので注意)。閉めたら圧が下がるようなら、空気漏れはデシケータ側。そうでなければマニフォールド側ということになります。

空気漏れがデシケータ側の場合、蓋と本体の擦り合わせがうまく行ってい



図 8: オイルの覗き窓。これくらいの量と色なら問題なし

なかったのでしょう。次のセクションの「乾燥終了」と同じ手順を行い、蓋の擦り合わせをもう一度やり直してみましょう。それでもだめなら、グリスを少しだけ足します。大概、それほどべったりグリスを塗る必要は無いんですけどね。

空気漏れがマニフォールド側の場合、ほとんどは QuikVac バルブの絞め方が不十分だと思います。バルブの根元にある黒いポッチとバルブの白い穴と



図 9: これがよくわかんない名前の Quik-Vac バルブ

を合わせるわけですが、きっちり閉まるのは完全に一致したところではなく、やや反時計回りにずれたところであるようです (図 10)。マニフォールド右手に 5 本あるバルブ、実は一本一本、ちょうど閉まる位置が違うようです。圧力計を見ながら、一本一本微調整して、圧力が下がるようにします。こうすればほとんどの場合、圧が下がるはずです。

マニフォールド側では、あとは前面のアクリルふたが若干ずれていても空

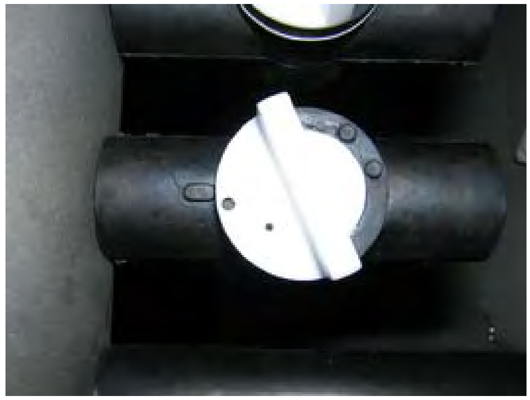


図 10: これがジャストの位置だと思う

気が漏れ入るようです。

4 乾燥終了

乾燥が終了した時の手順は、

1. ポンプの電源を切る
2. ステージ 2 スイッチを切る
3. ステージ 1 スイッチを切る
4. マニフォールド横の QuikVac バルブを、5 つのうちどれでもいいから時計周りにひねって、空気を導入する

です。あとは、蓋を開いてサンプルを取り出しましょう。

マニフォールド内に霜がたくさん付いているかもしれません。次の人のために、前面のアクリルふたを外して、乾燥させておきましょう。